

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-017868

(43)Date of publication of application : 26.01.1993

(51)Int.Cl.

C23C 14/34

B22F 3/00

C22C 1/04

C22C 32/00

C22C 33/02

(21)Application number : 03-196090

(71)Applicant : TOKIN CORP

(22)Date of filing : 11.07.1991

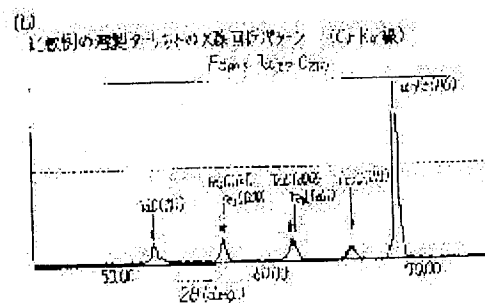
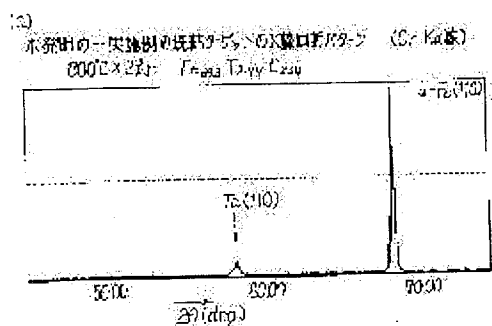
(72)Inventor : ISOMURA AKIHIRO

(54) PRODUCTION OF SPUTTERING TARGET

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a sputtering target increased in saturation magnetic flux, excellent in soft-magnetic properties, having superior heat resistance, and facilitating the formation of carbide dispersion type soft-magnetic film.

CONSTITUTION: A powder of $\geq 50\mu\text{m}$ average grain size of at least one element among Fe, Co, and Ni or alloy thereof previously subjected to reduction treatment in a reducing atmosphere of hydrogen gas, etc., a powder of at least one element among Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, and W, and a C powder are mixed by means of a powder mixer, etc. The resulting powder mixture is compacted and is then sintered in a reducing atmosphere of hydrogen gas, etc., again or sintered by means of hot isostatic pressing. At this time, when sintering temp. exceeds 1000°C , the reactions between the group IVa, Va, and VIa elements and C can be accelerated and the carbides of the group IVa, Va, and VIa elements can be formed in the resulting sintered compact, and, as a result, the initial purpose can be accomplished.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 5 - 1 7 8 6 8

(43) 公開日 平成 5 年 (1993) 1 月 2 6 日

(51) Int. Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C23C 14/34		8414-4K		
B22F 3/00	E	7803-4K		
C22C 1/04	B	7412-4K		
32/00		7217-4K		
33/02	Z	7619-4K		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平 3 - 1 9 6 0 9 0

(22) 出願日 平成 3 年 (1991) 7 月 1 日

(71) 出願人 0 0 0 1 3 4 2 5 7

株式会社トーキン

宮城県仙台市太白区郡山 6 丁目 7 番 1 号

(72) 発明者 磯村 明宏

宮城県仙台市太白区郡山 6 丁目 7 番 1 号

株式会社トーキン内

(74) 代理人 弁理士 後藤 洋介 (外 2 名)

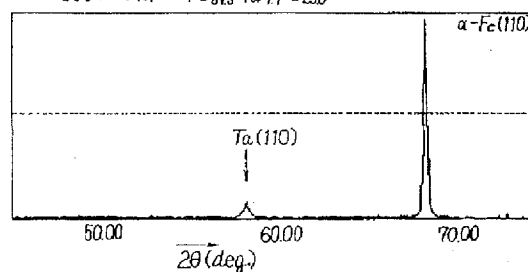
(54) 【発明の名称】 スパッタターゲットの製造方法

(57) 【要約】

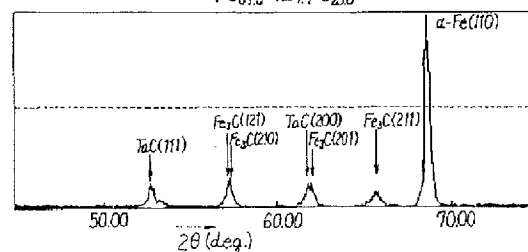
【目的】 飽和磁束が大きく、かつ軟磁気特性に優れるとともに耐熱性の良好な炭化物分散型軟磁性膜の形成を容易にすることである。

【構成】 本発明のスパッタターゲット製造方法は、あらかじめ水素ガス等の還元雰囲気中で還元処理された Fe, Co, Ni のうち少なくとも一種、またはそれらの合金の平均粒径 50 μm 以下の粉末と、Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, W のうち少なくとも一種の粉末、及び C の粉末とを粉末混合機等で混合する。この混合粉末を成形した後、再び水素ガス等の還元雰囲気中で焼結するか、または熱間静水圧中で焼結する。この時、焼結温度が 1000℃ を越えると IVa, V a, VI a 族元素と C の反応が促進され焼結体中に IV a, V a, VI a 族元素の炭化物が生成され、初期の目的を実現する。

(a)
本発明の一実施例の焼結ターゲットの X 線回折パターン (Cr K α 線)
800℃×2hr Fe_{63.3}Ta_{7.7}C_{23.0}



(b)
比較例の溶製ターゲットの X 線回折パターン (Cr K α 線)
Fe_{63.3}Ta_{7.7}C_{23.0}



【特許請求の範囲】

【請求項1】 Fe, Co, Niのうち少なくとも一種、またはそれらの合金微粉末と、Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, Wのうち少なくとも一種の粉末、及びCの粉末とを混合する工程と、該混合された粉末を成形する工程と、該成形された粉末を1000℃以下の温度で焼結する工程とを含み、当該磁性金属マトリックス中にIVa, Va, VIa族元素、及びCの粒子を独立に存在させることを特徴とする強磁性合金薄膜を成膜するためのスパッタターゲットの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は高飽和磁束密度が要求される高密度磁気記録用磁気ヘッドの磁極材を形成する軟磁性薄膜を成膜する際に用いられるスパッタターゲットに関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に磁気記録を高密度化するためには記録媒体の保磁力H_cを増大させなければならないが、それと同時に高飽和磁束密度をもつ磁気ヘッド材が要求されている。従来、磁気記録再生用磁気ヘッドの磁極を構成する材料としてはフェライト、パーマロイ、センダスト、Co系アモルファス合金等が使用されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、フェライト、パーマロイ、センダストは記録媒体の保磁力に対して飽和磁束密度が小さく、十分な高密度磁気記録が実現できない欠点がある。また、Co系アモルファスでは飽和磁束密度が1.3～1.5kGと現在の磁気記録媒体のもつH_cに対し十分大きい、熱的安定性に欠け、ガラス溶着の工程で数1000℃以上の高温にさらされると結晶化するために、その良好な軟磁気特性を失うという欠点がある。

【0004】 また、磁気ヘッドの磁極材として高飽和磁束密度を有する合金系で単層膜を得ても、成膜時のエピタキシャル成長、ヘッド加工時の高温下での結晶粒成長によって高周波領域で軟磁気特性が劣化するという問題点がある。これを解決するための1つの手段として積層化する方法があるが、中間層自体が熱安定性に乏しい場合には高温にさらされることによって界面での構成元素同士の拡散が起これ、積層軟磁性膜本来の高磁束密度、高透磁率の特徴が失われる。

【0005】 これらの欠点を克服する磁極材としてFe, Co, Ni、あるいはそれらの合金等のマトリックス中にIVa, Va, VIa族の炭化物等の微粒子を分散させ、高透磁率、高飽和磁化、良好な耐熱性を付与せしめた軟磁性薄膜材料が注目を浴びている。このような膜で炭素を膜中に添加するには、CH₄等の反応ガスを用いた反応性スパッタリング法のほか、複合ターゲット法が用いられている。しかし、いずれも研究開発段階にお

る成膜には適しているが量産には不向きであるという憾みがある。この微粒子分散型の軟磁性膜はIVa, Va, VIa族元素の窒化物・炭化物生成能が大きいことを活用したものであるが、スパッタターゲットを製造するためにはこの特質はむしろ大きな障害となる。即ち、IVa, Va, VIa族元素の窒化物・炭化物が存在するようなターゲットを用いて成膜しても成膜直後の膜中にIVa, Va, VIa族元素の窒化物・炭化物が存在し、良好な軟磁性膜を得ることが極めて困難である。

10 【0006】 そこで、本発明の技術的課題は上述の問題点を解決するためのもので、飽和磁束密度が大きく、かつ軟磁気特性に優れるとともに耐熱性の良好な炭化物分散型軟磁性膜の形成を容易にするスパッタターゲットの成造方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明によれば、Fe, Co, Niのうち少なくとも一種、またはそれらの合金微粉末と、Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, Wのうち少なくとも一種の粉末、及びCの粉末とを混合する工程と、該混合された粉末を成形する工程と、該成形された粉末を1000℃以下の温度で焼結する工程とを含み、当該磁性金属マトリックス中にIVa, Va, VIa族元素、及びCの粒子を独立に存在させることを特徴とする強磁性合金薄膜を成膜するためのスパッタターゲットの製造方法が得られる。

【0008】

【作用】 あらかじめ水素ガス等の還元雰囲気中で還元処理されたFe, Co, Niのうち少なくとも一種、またはそれらの合金の平均粒径50μm以下の粉末と、Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, Wのうち少なくとも一種の粉末、及びCの粉末とを混合機等で混合する。この混合粉末を成形した後、再び水素ガス等の還元雰囲気中で焼結するか、または熱間静水圧中で焼結する。この時、焼結温度が1000℃を越えるとIVa, Va, VIa族元素とCの反応が促進され焼結体中にIVa, Va, VIa族元素の炭化物が生成され、初期の目的を実現することができない。また、平均粒径が50μmを越えるFe, Co, Ni、あるいはそれらの合金粉末を用いて焼結した場合、熱間静水圧中で焼結しても1000℃以下の温度では十分に焼結密度が上がらない。

【0009】 本発明のスパッタターゲットにおいては、Fe, Co, Niの磁性金属マトリックス中にIVa, Va, VIa族元素の微粒子とCの微粒子とが互いに独立しつつ分散している。このため、ターゲット表面は複合ターゲットと同様の状態になっており、容易に合金膜を得ることができる。また、ターゲット中に非磁性元素が分散しているため透磁率が低下するので、漏れ磁束が得やすく、マグネトロンスパッタリングを行なうのが極めて容易になるという利点を合わせ持つ。

【0010】

【実施例】以下、本発明の実施例を実験結果にもとづいて説明する。

【0011】本発明の一実施例は、磁性金属としてFe、添加元素としてTa、及びCを用いている。水素ガス中で還元処理した平均粒径 $3.0\mu\text{m}$ のFe粉末と同じく還元処理した100メッシュ以下325メッシュ以上のTa粉末、及びC粉末を69.3at%Fe-7.7at%Ta-23.0at%Cの比で混合・成形した後、水素ガス中800℃で焼結する。この時得られた本実施例の焼結体のX線回折パターンを図1(a)に示す。比較のために、同様の組成で溶解して得られた比較例の合金のX線回折パターンを図1(b)に示す。本実施例の焼結体からは単体のFe、Taのピークが観察されるのみであるのに対し、溶解して得た合金からは $\alpha\text{-Fe}$ の他に、TaC、Fe₃Cなどの化合物が存在する。

【0012】次にこれら2種のターゲットを用い、マグネトロン・スパッタリング法により成膜実験を行なった。以下、それぞれ焼結ターゲット、溶解ターゲットと称する。スパッタリングに先立ち、まず、真空容器内を 1×10^{-4} Torr以下まで排気した後、Arガスを導入、ガス圧を3mTorrとし、膜厚約 $5.0\mu\text{m}$ の膜を得た。なお、基板には結晶化ガラスを使用した。図2(a)に焼結ターゲットから得た薄膜のX線回折パターンを図2(b)に比較例の溶解ターゲットから得た膜のX線回折パターンを示す。本発明の一実施例の焼結ターゲットから得た成膜はアモルファス化しているのに対し、溶解タ

ーゲットから得た成膜にはFe₃C、TaCの存在が認められる。

【0013】次に、これらの成膜を600℃で20分間熱処理した。熱処理後のヒステリシス曲線を図3

(a)、(b)に示す。(a)は本発明の一実施例の焼結ターゲットから得た膜、(b)は比較例の溶解ターゲットから得た成膜のヒステリシス曲線である。本発明の一実施例ではH_cは実質上49A/mと良好な軟磁気特性を示しているのに対し、比較例ではヘビ型のヒステリシス曲線を呈し、保磁力も約4000A/mと前者に比べ非常に大きい。

【0014】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のスパッタターゲットの製造方法によれば、1000℃以下の焼結工程を有するから、飽和磁気密度が大きく、かつ軟磁気特性に優れるとともに耐熱性の良好な炭化物分散型軟磁性膜の形成が容易になるという効果がある。

【図面の簡単な説明】

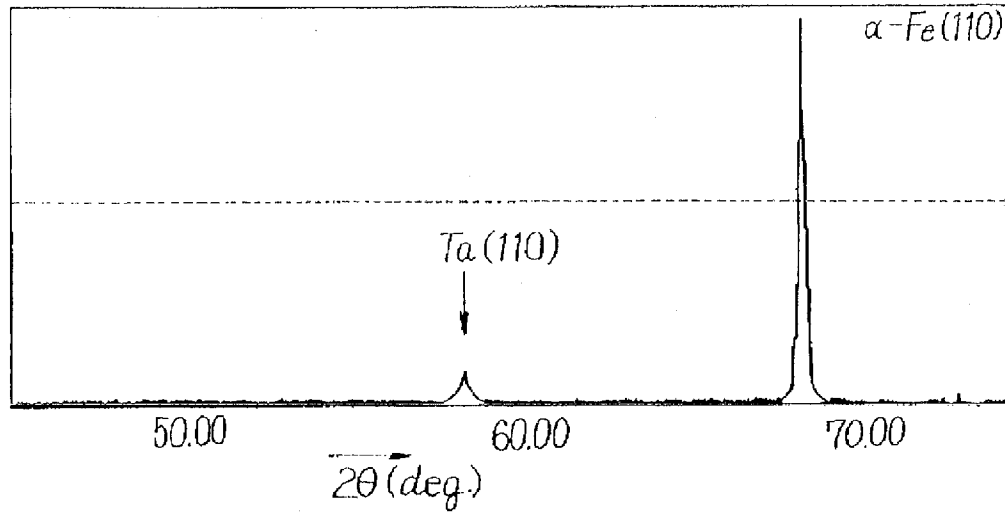
【図1】(a)が本発明の一実施例、(b)が比較例のターゲットによるX線回折パターンを示す図である。

【図2】(a)が図1(a)、(b)が図1(b)の各ターゲットによるFe-Ta-C薄膜のX線回折パターンを示す図である。

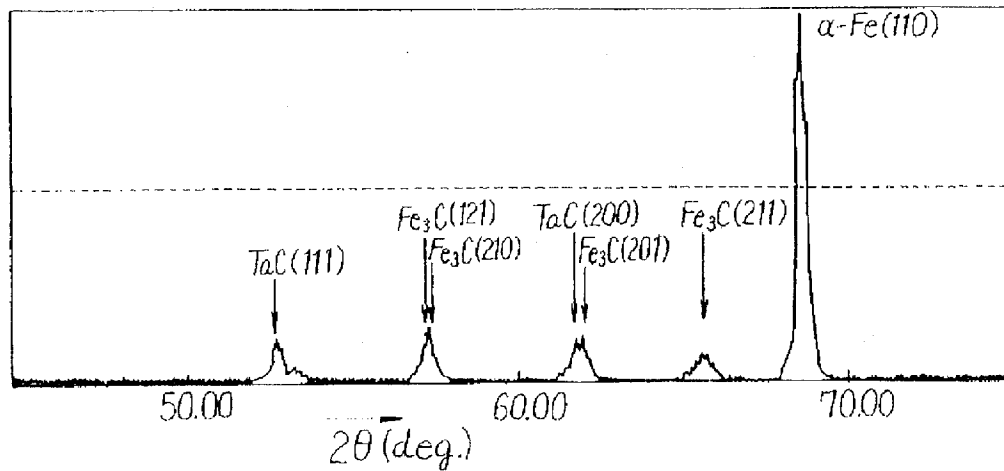
【図3】(a)が図2(a)、(b)が図2(b)の各成膜のヒステリシス曲線を示す図である。

【図1】

(a)

本発明の一実施例の焼結ターゲットのX線回折パターン (Cr K α 線)800°C × 2hr Fe_{69.3}Ta_{7.7}C_{23.0}

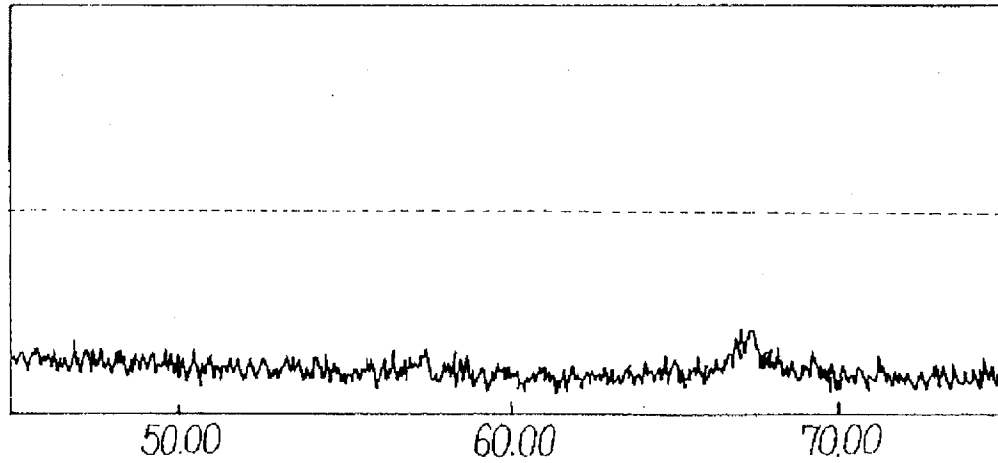
(b)

比較例の溶製ターゲットのX線回折パターン (Cr K α 線)Fe_{69.3}Ta_{7.7}C_{23.0}

【図 2】

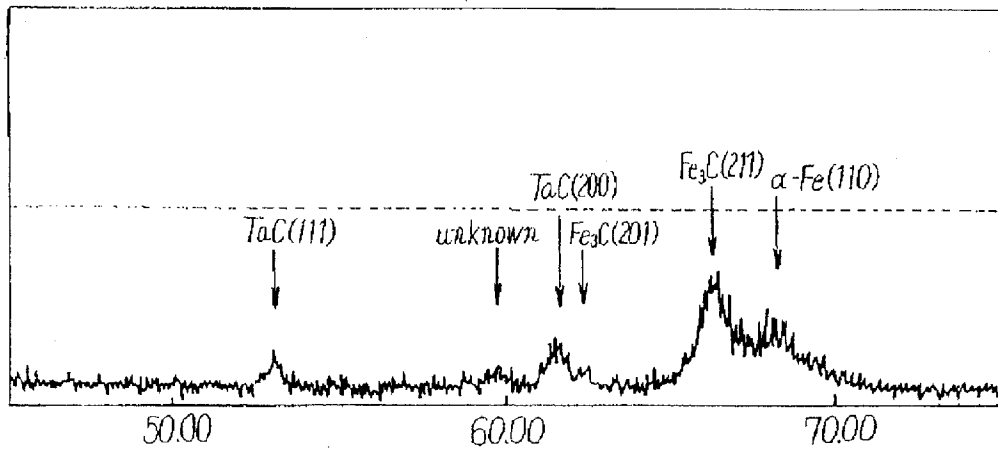
(a)

本発明の一実施例の焼結ターゲットから得たFe-Ta-C薄膜のX線回折パターン

 $Fe_{76.3}Ta_{10.7}C_{13.0}$ 

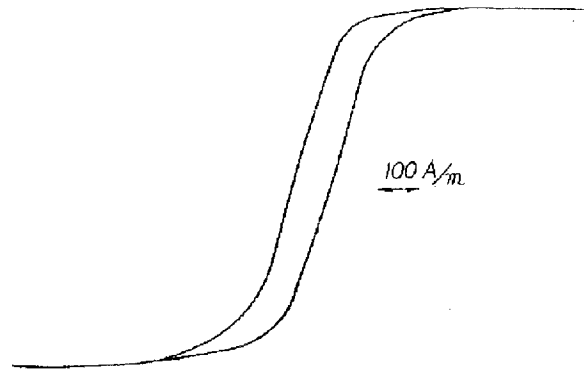
(b)

比較例の溶製ターゲットから得たFe-Ta-C薄膜のX線回折パターン

 $Fe_{79.1}Ta_{8.4}C_{12.5}$ 

【図 3】

(a)



(b)

